A muffler for automobiles having a drum-shaped expansion chamber of diameter D and length h, to which gas inlet and outlet pipes and an insert pipe of a Helmholtz resonator open so that the gas flow traverses the expansion chamber substantially diametrically therethrough, wherein the ratio h/D is substantially 0.25 - 0.4.

7 Claims, 2 Drawing figures

## Full Title Citation Front Review Classification Date Reference Claims KWC Image

2. Document ID: JP <u>04124092</u> A

Entry 2 of 3

File: JPAB

Apr 24, 1992

PUB-NO: JP404124092A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 04124092 A

TITLE: VAPOR-PHASE SYNTHESIS OF DIAMOND AND APPARATUS THEREFOR

PUBN-DATE: April 24, 1992

INVENTOR - INFORMATION:

NAME

YAMANOI, KIYOSHI INOUE, MITSUHIRO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

HITACHI CHEM CO LTD N/A

APPL-NO: JP02245090

APPL-DATE: September 14, 1990

INT-CL (IPC): C30B 29/04

ABSTRACT:

PURPOSE: To increase the deposition area and obtain a synthetic film having high quality in the synthesis of diamond by a DC thermal plasma CVD process by scanning a torch at a specific speed in horizontal direction parallel to a substrate.

CONSTITUTION: Diamond is synthesized in vapor phase by scanning a plasma jet-generation torch 1 in horizontal direction parallel to the substrate 13 for diamond synthesis at a scanning speed of 0.1-1,200mm/min.

COPYRIGHT: (C) 1992, JPO&Japio

#### Full Title Citation Front Review Classification Date Reference Claims KWIC ClipImg Image

Document ID: JP <u>04124092</u> A

Entry 3 of 3

File: DWPI

Apr 24, 1992

DERWENT-ACC-NO: 1992-189180

DERWENT-WEEK: 199223

COPYRIGHT 2000 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Gas phase synthesis of diamond - by horizontally scanning a substrate plate with a torch generating a plasma jet

PATENT-ASSIGNEE: HITACHI CHEM CO LTD[HITB]

PRIORITY-DATA:

APPL-NO

APPL-DATE

1990JP-0245090

September 14, 1990

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

**PAGES** 

MAIN-IPC

JP 04124092 A

April 24, 1992

N/A

005

C30B029/04

APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DATE

APPL-NO

APPL-DESCRIPTOR

JP04124092A

September 14, 1990

1990JP-0245090

N/A

INT-CL (IPC): C30B 29/04

ABSTRACTED-PUB-NO: JP04124092A

BASIC-ABSTRACT:

By scanning a substrate plate for diamond synthesis with a torch generating a plasma jet, horizontally in parallel to the substrate plate, diamond is synthesised with a fixed scanning speed in the range from 0.1mm to 1,200mm per min. The appts. comprises a torch movable horizontally, a substrate holder to support a substrate plate in horizontal orientation and a drive mechanism for the torch to scan at a fixed speed.

ADVANTAGE - High deposition speed and uniform diamond film formation over the whole surface area

ABSTRACTED-PUB-NO: JP04124092A

**EQUIVALENT-ABSTRACTS:** 

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/2

DERWENT-CLASS: E36 L02

CPI-CODES: E31-N03; L02-A06; L02-F05;

Full Title Citation Front Review Classification Date Reference Claims KMC Image

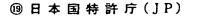
Term	Documents	
"04124092"	3	
04124092S	0	
"04124092"	3	

Display 40 Documents

including document number

Display Format: | FRO

Change Format



⑪特許出願公開

# ◎ 公 開 特 許 公 報(A) 平4-124092

®Int. Cl. ⁵

識別記号

庁内整理番号

❸公開 平成4年(1992)4月24日

C 30 B 29/04

C 7158-4G

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

60発明の名称

ダイヤモンドの気相合成方法およびその装置

②特 顧 平2-245090

湷

**20出 願 平2(1990)9月14日** 

**@発明者 山野井** 

茨城県下館市大字小川1500番地 日立化成工業株式会社下

館研究所内

@ 発明者 井上 光弘

茨城県下館市大字小川1500番地 日立化成工業株式会社下

館研究所内

勿出 願 人 日

日立化成工業株式会社

東京都新宿区西新宿2丁目1番1号

個代 理 人 弁理士 廣 瀬 章

明 和 奮

1. 発明の名称

ダイヤモンドの気相合成方法およびその装置

#### 2. 特許請求の範囲

1. プラズマジェットを発生させるトーチを、 ダイヤモンド合成用の基板に対して平行な水平方 向に一定速度で走査し、かつ、前記トーチの走査 速度を0. 1ないし1200mm/分に設定するこ とを特徴とするダイヤモンドの気相合成方法。

2. ダイヤモンド合成用の基板を保持する基板 ホルダと、

基板に対して平行な水平方向に移動可能に設けたトーチと、

このトーチを一定速度で走査させる駆動装置と、 よりなることを特徴とするダイヤモンドの気相 合成装置。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、ダイヤモンドの製造技術に係わり、 より詳しくは大きな面積に高速で折出させるダイ ヤモンドの気相合成方法およびその装置に関する。 (従来の技術)

従来よりダイヤモンドの気相合成方法には各種あるが、高い析出速度を目的としたものとして熱プラズマ法が開発され、特開昭62-158195号公報に開示されている。また、この熱プラズマ法のうち、直流熱プラズマを用いた具体的方法(以下、直流熱プラズマCVD法という)が特開昭64-33096号公報などに開示されている。 (発明が解決しようとする課題)

前述した直流熱プラズマCVD法は、高周波熱プラズマ法と比べて比較的安価な装置を用いてダイヤモンドを高速で気相合成できるという利点をもつ。

しかしながら、この直流熱プラズマCVD法は、フレームの大きさが高周波熱プラズマ法に比べて小さいため、ダイヤモンドの折出面積を大きくできず、通常十数㎜径程度に小さくなるという課題があった。

上記の課題を解決するため、本発明は長年の鋭

意研究により違成されたもので、その目的は、折 出面積を大きくでき、かつ良質な合成膜を得るこ とができるダイヤモンドの気相合成方法およびそ の装置を提供することにある。

## (課題を解決するための手段)

本発明は、上記のような目的を達成するため、 請求項1の発明は、プラズマジェットを発生させるトーチを、ダイヤモンド合成用の基板に対して平行な水平方向に一定速度で走査し、かつ、前記トーチの走査速度を0.1ないし1200mm/分に設定することを特徴とする。

また、請求項2の発明は、ダイヤモンド合成用 の基板を保持する基板ホルダと、

基板に対して平行な水平方向に移動可能に設け たトーチと、

このトーチを一定速度で走査させる駆動装置と、 よりなることを特徴とする。

前記トーチの走査速度は 0. 1 ないし 1 2 0 0 mm/分の範囲がよく、より好ましくは、 0. 5 ないし 1 2 0 mm/分、最も好ましくは、 2 ないし 2

用いられ、例えばモリブデンやタングステンが用いられる。また、基板の表面温度を例えば900 ℃ないし1100℃の特定温度範囲に保持する必要があるため、通常、水冷した基板ホルダに接触 させて基板を冷却する。

トーチの走査は、自動的かつ一筆書きの要領で行なうことが望ましい。このトーチ走査のパターンとしては、例えば直交する2直線の繰り返しからなる往復パターンを用いることができる。

上記のようなトーチ走査を行なうため、走査速度, 基板に対する水平X-Y座標面上における走査方向, 水平X-Y座標軸方向の各走査距離, およびトーチの走査回数をコンピュータにより数値制御できる装置を用いることが望ましい。

#### (作用)

請求項1,2のダイヤモンドの気相合成方法およびその装置では、トーチの走査速度を上記特定範囲の一定速度にすることにより、基板温度が適切な値となって放電状態が安定化し、ダイヤモンドの折出面積を大きくできる。本装置の場合では

Omm/分の範囲にすることが望ましい。

本発明では、走査速度が遅い場合においてもダイヤモンドの合成は可能であるが、走査速度を 0. 1 mm/分よりも遅くすると合成膜中にダイヤモンド以外の物質、例えば黒鉛などが混入しやすくなる。

一方、走査速度が1200mm/分よりも速い場合、ダイヤモンドの折出が見られなくなったり、あるいは放電状態が不安定になるという問題を生じる。

直流熱プラズマCVD法によるダイヤモンド気相合成方法としては、通常知られている方法を用いることができる。すなわち、ノズル形状の陽極を含むトーチの両極間に水素、メタン、アルゴンなどのガスを供給して減圧下で両極間において放電させ、陽極ノズルから発生するプラズマジェットを、陽極ノズルと対向するように配置した基板に当てることにより、基板上にダイヤモンドを合成製造する。

この基板の材質としては、耐熱性の金属などが

### 250㎜角に大きくすることができる。

また、ダイヤモンドの析出部分の外側に形成されやすいダイヤモンド以外の物質、例えば黒鉛などにプラズマジェットが当たったときに黒鉛などが消失しやすくなる。このため、ダイヤモンド膜全体として黒鉛などの混入が抑制され、良質なダイヤモンド膜が高い析出速度で得られる。

#### (実施例)

以下、本発明の実施例を図面に基づいて説明する。

## [実施例1]

第1図は、本発明に用いる直流熱プラズマCV D法によるダイヤモンド合成装置を説明する断面 図である。本装置は、基板ホルダ12でダイヤモンド合成用基板13を水平に保持するとともに、 基板13に対してトーチ1を移動可能に設け、このトーチ1はトーチ支柱駆動装置8によって駆動 可能に構成されている。そして、ノズル型の陽極 2を含むトーチ1の電極間に、プラズマガスおよ び原料ガスなどからなる供給ガス5を供給し、直 流アーク放電させることにより、プラズマジェット6が得られる。トーチ1の構造は、セラミック 溶射用の溶射ガンと基本的には同じタイプのものを用いており、特殊な水冷装置を備えることにより、所定の温度まで冷却可能になっている。

トーチ1よりプラズマジェット6を、トーチ1と対向するように置かれた基板13に当てることにより、基板13上にダイヤモンド14を合成する。この場合、基板13は、水冷装置15により水冷される基板ホルダ12に密着して冷却される。このため、ダイヤモンド14は、粒子の集合としての多結品膜として得られる。

本装置の大きな特徴を、以下に述べる。

本装置では、トーチ1はトーチ取付部9を介して、トーチ支柱7に取付けられており、このトーチ支柱7は支柱駆動装置8により互いに直交する X, T, Z軸の3方向に移動可能に構成されている。したがって、トーチ支柱7に取付けたトーチ1をX, Y, Z軸の直交3方向に動かすことができる。

第1図に示す装置を用い、供給ガス5としてアルゴン501/min, 水素201/min, メタン1.01/minを流し、真空チャンバ16内の圧力を100torrに設定した条件の下で、100V-120Aで放電を行なった。

基板13としては、50mm×50mm×1mm厚のモリブデン金属板(日本電球工業株式会社製)を用い、陽極2のノズル出口と基板13間の離間距離を105mmとした。

## [トーチ走査条件]

第2図に示すパターンに従い、走査速度をX方向で5㎜/min, Y方向で20㎜/min, 走査回数10回, 戻り経路にかかる時間を含む走査時間150分でダイヤモンド膜を合成した。

得られたダイヤモンドの合成膜をX線回折、S E M観察、およびラマン分光法で評価した。その結果、面積 30 mm  $\times$  30 mm以上、厚さ 25  $\mu$  mの良質なダイヤモンドが合成され、黒鉛等の混入が少ないことを確認した。

上記のトーチ走査条件およびダイヤモンドの合

支柱駆動装置8およびトーチ1の駆動方法としては、手動スイッチの操作による駆動方法でもよいが、本例ではコンピュータ10により自動的に駆動できる。より具体的には、基板13の面方向に対してこれと平行な水平方向である直交X-Y軸方向に関して、独立に走査速度および走査距離を自由に制御できる。なお、基板13に対して垂直な方向の距離、すなわち基板13とトーチ1間の離間距離は、通常ある一定距離に設定するものとする。

ここで、トーチ1の走査パターンとしては、例えば第2図中のトーチ走査経路18に示すように、 直交する2直線からなる住復パターンを用いることができ、この場合、トーチ1を一筆書きの要領で走査することができる。

また、トーチ1を、第2図に示すトーチ連査終 了点20から戻り経路21を通してトーチ走査開 始点19に戻すことにより、指定した走査回数だけ自動的に走査できる。

#### [合成条件]

成結果を、第1表中の実施例1の欄にまとめて示す。

#### [実施例2]

ダイヤモンドの合成条件を実施例1と同様に設定するとともに、トーチ走査条件を第1表の実施例2の欄中に指定するように定め、実施例1と同様にダイヤモンドの合成膜を評価した。その結果、第1表に示すように、面積30mm×30mm以上、厚さ4μmの良質なダイヤモンドを合成できた。

## [実施例3]

ダイヤモンドの合成条件を実施例1と同様に設定するとともに、トーチ走査条件を第1表の実施例3の欄中に指定するように定め、実施例1と同様にダイヤモンドの合成膜を評価した。その結果、第1表に示すように、面積30 $m \times$ 30m以上、厚さ0.5 $\mu$ mの良質なダイヤモンドを合成できた。

第1表

実施例	1	2	3
[トーチ			
走查条件]			
パターン	第2図	第2図 第2図	
速度(mm/min)			
X方向	5	50	1000
Y方向	20	50	1000
回数	10	20	100
時間 (min)	150	35	100
[合成結果]			
析出有無	有	有	有
面積 (mm <sup>2</sup> )	30×30	30×30	30×30
	以上	以上	以上
膜厚(μm)	25	4	0.5
膜質	良質	良 質	良質

## [比較例1~3]

ダイヤモンドの合成条件を実施例1と同様に設定するとともに、トーチ走査条件を種々変えてダイヤモンドを製造し、実施例1と同様にダイヤモンドの膜質を評価した。

比較例1~3によるトーチ走査条件および合成 結果を第2表にまとめて示す。

第2表

比較例	1	2	3
[トーチ			
走查条件〕			
パターン	第2図	直線15mm	-
			(走査なし)
速度(mm/min)			
X方向	1500	0.05	10
Y方向	1500	20	0
回数	100	1	-
時間 (min)	25	300	20
[合成結果]			
折出有無	無	有	有
面積 (mm <sup>2</sup> )	-	10×25	15 m m 径
		以上	
膜厚(μm)	-	220	40
膜質	~	黒鉛等	良 質
		混 入	

この表からも明らかなように、比較例1において、トーチ走査速度を1500mm/minにすると、ダイヤモンドの析出は見られなかった。

また、比較例2において、トーチ走査速度を0. 05mm/minとしたところ、ラマンスペクトルにおいて黒鉛等の混入が見られ、ダイヤモンド膜質の低下が見られた。

さらに、比較例3においては、トーチ走査を行なわずトーチを固定して合成したため、良質のダイヤモンドを合成できたが、膜面積が15mm径となり、従来同様に膜面積が小さくなった。

# (発明の効果)

以上説明したように、請求項1,2のダイヤモンドの気相合成方法およびその装置によれば、トーチを基板に対して平行な水平方向に一定速度で走査するようにしたため、高い折出速度が得られるとともに、トーチを静止した場合に比べ、良質なダイヤモンド膜を大きな面積の領域範囲で合成することができる。ダイヤモンド膜の面積は基本的にはトーチの走査可能領域まで大きくすること

ができる。

また、請求項2の発明によれば、コンピュータ 数値制御などを用いた駆動装置により、トーチを 自動的に一定速度で走査できるため、全面積にわ たってダイヤモンドの膜厚を容易に均一に形成す

ることができるという効果を有する。

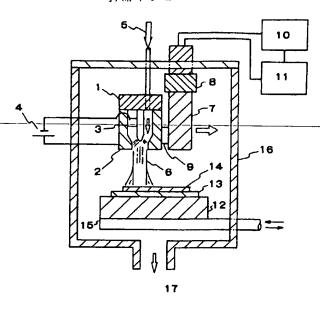
# 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例に係わる直流熱プラズマCVD装置を示す断面図、第2図は本発明で用いるトーチ走査のパターンを示す説明図である。

- 1…トーチ
- 6…プラズマジェット
- 7…トーチ支柱
- 8…支柱駆動装置
- 10…コンピュータ
- 12…基板ホルダ
- 13…ダイヤモンド合成用基板
- 14…ダイヤモンド
- 16…真空チャンバ

代理人 弁理士 廣瀬





第 1 図

1.... b - #

6・プラズマジ ット

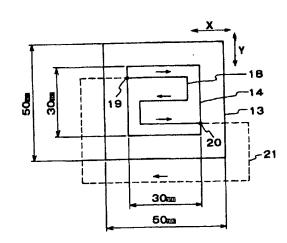
7…トーチ支柱

₿・・・・トーチ支柱駆動装置

10…コンピューター

13 ····基板

14…ダイヤモンド



第 2 図